

TCVN 11604:2016

**THỊT VÀ SẢN PHẨM THỊT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ
TỔNG SỐ BẰNG CÁCH ĐỐT CHÁY THEO NGUYÊN TẮC
DUMAS VÀ TÍNH HÀM LƯỢNG PROTEIN THÔ**

*Meat and meat products - Determination the total nitrogen content by combustion according to
the dumas principle and calculation of the crude protein content*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11604:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 992.15 *Crude protein in meat and meat products including pet foods. Combustion method*;

TCVN 11604:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F8 *Thịt và sản phẩm thịt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thịt và sản phẩm thịt - Xác định hàm lượng nitơ tổng số bằng cách đốt cháy theo nguyên tắc Dumas và tính hàm lượng protein thô

Meat and meat products – Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đốt cháy theo nguyên tắc Dumas để xác định hàm lượng nitơ tổng số và tính hàm lượng protein thô trong thịt và sản phẩm thịt.

Phương pháp này áp dụng đối với thịt và sản phẩm thịt chứa hàm lượng protein từ 10 % đến 20 % (khối lượng).

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

2.1

Hàm lượng nitơ tổng số (total nitrogen content)

Phần khối lượng của nitơ tổng số được xác định bằng quy trình trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng nitơ tổng số được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

2.2

Hàm lượng protein thô (crude protein content)

Hàm lượng nitơ tổng số tính được (2.1) nhân với hệ số, thông thường là 6,25.

3 Nguyên tắc

Nitơ được giải phóng ở nhiệt độ cao bằng oxy tinh khiết (4.1), các hợp chất nitơ được chuyển về nitơ phân tử và được định lượng bằng detector dẫn nhiệt. Hàm lượng nitơ tổng số được chuyển thành protein tương đương bằng cách sử dụng hệ số thích hợp (6,25 đối với thịt và sản phẩm thịt).

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

4.1 Khí oxy nén, độ tinh khiết 99,99 %.

4.2 Khí heli nén, độ tinh khiết 99,99 %.

4.3 Khí cacbon đioxit, độ tinh khiết 99,99 %.

4.4 Khí trơ nén, nitơ hoặc khí tương đương, không chứa dầu và nước.

4.5 Chất chuẩn nitơ, axit ethylenediaminetetraacetic (EDTA) chứa 9,59 % nitơ hoặc vật liệu hữu cơ thích hợp khác có độ tinh khiết cao và đã biết hàm lượng nitơ (ví dụ: axit nicotinic, lysin hydroclorua).

4.6 Bông thạch anh.

4.7 Bông thủy tinh.

4.8 Viên nhôm ôxít.

4.9 Magiê perclorat (MgClO_4), khan.

4.10 Natri hydroxit (NaOH) trên chất mang silicat.

4.11 Bạc vonframát trên magie dioxít.

4.12 Thanh đồng (copper sticks).

4.13 Lá đồng kim loại (copper metal turning).

4.14 Bạc vanadat.

4.15 Đồng (II) oxít.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Thiết bị Dumas¹⁾, có lò nung có thể duy trì được nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 850 °C, detector dẫn nhiệt và có thiết bị thích hợp để phân tích tín hiệu.

¹⁾ Leco FP428 của Leco Corp., 3000 Lakeview Ave, St Joseph, MI, USA; Macro-N Analyzer của Foss Hereaus Analysensysteme GmbH, Hanau 1, Đức PE2410 hoặc Perkin-Elmer Corp, Norwalk, CT, USA là các ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định sử dụng các sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

Thiết bị Dumas thích hợp để phát hiện hàm lượng nitơ tổng số từ 1 % đến 5 % khối lượng (tương ứng với hàm lượng protein từ 5 % đến 30 % khối lượng) trong thịt và sản phẩm thịt, chính xác đến $\pm 0,15$ % hàm lượng nitơ tổng số theo lý thuyết của chất chuẩn và có thể lặp lại với độ lệch chuẩn là 0,15 đối với 10 phép xác định liên tiếp trên cùng một chất chuẩn.

5.2 Máy nghiền thực phẩm, đĩa có đường kính lỗ 3 mm, có khả năng nghiền mẫu thịt.

5.3 Cốc đốt hoặc ống đốt bằng thiếc, có chứa các viên nhôm ôxit (4.8) trộn với đồng (II) oxit (4.15), được giữ bằng bông thạch anh (4.6) hoặc bông thủy tinh (4.7).

5.4 Chén nung, bằng nhôm.

5.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với các sản phẩm thịt đã xay nhuyễn, nghiền mẫu thử hai lần liên tiếp qua máy nghiền (5.2), trộn kỹ sau mỗi lần nghiền.

Đối với các sản phẩm thịt chưa xay nhuyễn (thịt xay thô hoặc chưa xay) thì nghiền mẫu thử ba lần liên tiếp qua máy nghiền (5.2), trộn kỹ sau mỗi lần nghiền.

7.2 Xác định

Cài đặt các thông số hoạt động của thiết bị (nhiệt độ lò nung, dòng oxy, các giá trị hiệu chuẩn, v.v...) theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Để cho lò nung và thiết bị đạt đến nhiệt độ hoạt động và ổn định. Thời gian làm ấm có thể khoảng 6 h nếu khởi động nguội.

Chuẩn bị các mẫu trắng hệ thống thích hợp cho phép phân tích và các mẫu trắng hiệu chuẩn, nếu cần. Nên phân tích ít nhất 5 mẫu trắng.

Từ mẫu thử đã chuẩn bị (7.1), lấy các phần mẫu thử tối thiểu 200 mg, chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH: Lượng tối thiểu này nhằm giảm ảnh hưởng do thịt và sản phẩm thịt không đồng nhất.

a) Cho phần mẫu thử vào chén nung (5.4) và chuyển chén vào cổng nạp trên thiết bị. Đối với thiết bị được sử dụng, cần nạp hoặc ghi lại hệ số chuyển đổi protein, nếu thích hợp.

b) Đóng cổng nạp, chuyển phần mẫu thử vào lò và bắt đầu phân tích.

Phần mẫu thử được đốt cháy hết bằng khí oxy (4.1) trong các điều kiện đã chuẩn hóa ở nhiệt độ tối thiểu là 850 °C tùy thuộc vào thiết bị và nền mẫu thử nghiệm.

Các sản phẩm phân hủy bay hơi (chủ yếu là nitơ phân tử, các oxit của nitơ, cacbon dioxit, hơi nước) được chuyển bằng khí mang (4.2 hoặc 4.3) qua thiết bị.

Các oxit của nitơ được khử về nitơ phân tử và lượng oxy thừa được giữ lại bằng đồng hoặc vonfram (sử dụng các vật liệu 4.11, 4.12 hoặc 4.13).

Nước được loại ra bằng bộ ngưng được làm đầy bằng magie peclorat (4.9). Khi không dùng cacbon dioxit làm khí mang, nước được loại bằng cách cho đi qua chất hấp thụ thích hợp, ví dụ: natri hydroxit trên chất mang silicat (4.10).

Các hợp chất gây nhiễu (ví dụ như các hợp chất halogen bay hơi và hợp chất lưu huỳnh) được loại ra bằng các chất hấp thụ hoặc các chất tiếp xúc thích hợp, ví dụ: bạc vanadat (4.14).

Nitơ trong hỗn hợp khí còn lại, gồm nitơ và khí mang được đi qua detector dẫn nhiệt.

c) Khi kết thúc quá trình phân tích (từ 3 min đến 5 min), lặp lại trình tự đối với phần mẫu thử tiếp theo.

d) Đọc kết quả hàm lượng nitơ tổng số trực tiếp từ thiết bị.

7.3 Hiệu chuẩn

Thực hiện hiệu chuẩn thiết bị bằng cách phân tích chất chuẩn nitơ (4.5), ví dụ EDTA, từ 3 đến 5 lần và so sánh với tỷ lệ phần trăm nitơ theo lý thuyết trong các hợp chất hữu cơ chuẩn tinh khiết ban đầu. Tiến hành hiệu chuẩn như sau:

a) Cân từ 50 mg đến 150 mg EDTA (4.5), chính xác đến 0,1 mg, hoặc một lượng nitơ tương đương nếu sử dụng chất chuẩn nitơ khác, cho vào chén nung (5.4) và chuyển chén vào cổng nạp trên thiết bị. Đối với thiết bị được sử dụng, cần nạp hoặc ghi lại hệ số chuyển đổi protein, nếu thích hợp.

b) Đóng cổng nạp, chuyển mẫu vào lò và bắt đầu phân tích.

c) Khi kết thúc quá trình phân tích (từ 3 min đến 5 min), lặp lại trình tự đối với phần mẫu tiếp theo.

d) Đọc kết quả hàm lượng nitơ tổng số trực tiếp từ thiết bị.

e) Hiệu chỉnh thiết bị dựa trên kết quả từ chất chuẩn nitơ, khi cần.

8 Tính kết quả

8.1 Hàm lượng nitơ tổng số

Hàm lượng nitơ tổng số, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, thường có sẵn từ dữ liệu in ra từ thiết bị.

8.2 Hàm lượng protein thô

Hàm lượng protein thô của mẫu thử, X_p , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức sau đây:

$$X_p = X_N \times 6,25$$

Trong đó

X_N là hàm lượng nitơ tổng số của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

6,25 là hệ số chuyển đổi nitơ tổng số thành protein thô.

CHÚ THÍCH: Kết quả tính được theo nguyên tắc Dumas thường bằng 1,01 nhân với kết quả tính được theo phương pháp Kjeldahl ^{[4][5]}.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8100:2009 (ISO 14891:2002) *Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng nitơ – Phương pháp thông dụng theo nguyên tắc đốt cháy Dumas*
 - [2] TCVN 8133-1:2009 (ISO 16634-1:2008) *Sản phẩm thực phẩm – Xác định nitơ tổng số bằng cách đốt cháy theo nguyên tắc Dumas và tính hàm lượng protein thô – Phần 1: Hạt có dầu và thức ăn chăn nuôi*
 - [3] TCVN 8133-2:2011 (ISO/TS 16634-2:2009) *Sản phẩm thực phẩm – Xác định hàm lượng nitơ tổng số bằng cách đốt cháy theo nguyên tắc Dumas và tính hàm lượng protein thô – Phần 2: Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm ngũ cốc nghiền*
 - [4] TCVN 8134:2009 (ISO 937:1978) *Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng nitơ (Phương pháp chuẩn)*
 - [5] AOAC 928.08 *Nitrogen in meat. Kjeldahl method* (Final Action 1974)
 - [6] International Organisation of Vine and Wine (OIV), Method OIV-MA-AS323-02A, *Quantification of total nitrogen according to the Dumas method (Musts and Wines)*, 2002
-